

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **02258245 A**

(43) Date of publication of application: **19.10.90**

(51) Int. Cl.

B32B 5/02

B32B 1/08

B32B 1/10

B32B 9/00

(21) Application number: **01213825**

(22) Date of filing: **18.08.89**

(30) Priority: **19.08.88 JP 36320699**

(71) Applicant: **OSAKA GAS CO LTD NIKKO
KASEI KK**

(72) Inventor: **KUTOKU HIROBUMI
KITANO KIMIO
HAMADA KENGO
YAMAMOTO KOICHI
YOSHIKAWA TAKAHIKO**

**(54) MOLDED HEAT INSULATION MATERIAL AND
MANUFACTURE THEREOF**

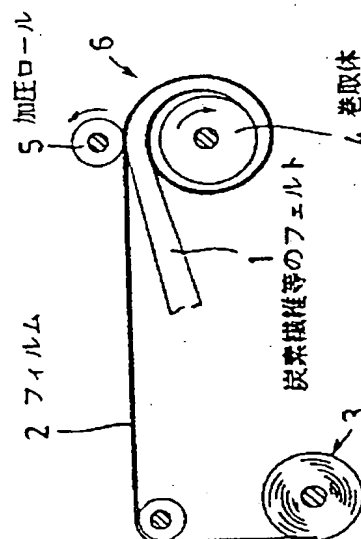
(57) Abstract:

PURPOSE: To improve the smoothness along with heat insulation properties by providing high bulk density, by a method wherein carbon fiber felt is wound up and laminated in a vortical state and the carbon fiber felt is unified with a carbide of resin existing with a space between laminated layers.

CONSTITUTION: Carbon fiber felt 1 into which, for example, a resin solution is infiltrated for dryness is used for the title material. After the felt 1 of the carbon fiber and a film 2 are fixed to a wind-up body 4 beforehand, the felt 1 of the carbon fiber is fed while applying fixed tension to the film 2 by a tension control part and the felt 1 of the carbon fiber and the film 2 are wound up round the wind-up body 4 while pressurizing them with a press roll 5. A laminated body which has completed winding process is fed to a carbonization process with the normal method after cure and a carbonizable film and/or a net and resin are carbonized. A molded heat insulation material where a laminated part of the felt of the carbon fiber is unified through the carbonized layer, in which the film and/or the net and the resin are carbonized, and the

same is superior in uniformity and possesses fixed bulk density and its distribution is obtained, in the carbonization and process.

COPYRIGHT: (C)1990,JPO&Japio



BEST AVAILABLE COPY

⑫ 公開特許公報(A) 平2-258245

⑬ Int. Cl.⁵

B 32 B 5/02
1/08
1/10

識別記号

B

庁内整理番号

7016-4F
6617-4F
6617-4F※

⑭ 公開 平成2年(1990)10月19日

審査請求 未請求 請求項の数 5 (全11頁)

⑮ 発明の名称 成形断熱材とその製造方法

⑯ 特 願 平1-213825

⑰ 出 願 平1(1989)8月18日

優先権主張 ⑱ 昭63(1988)8月19日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 昭63-206998

⑳ 発 明 者 久 徳 博 文 大阪府大阪市中央区平野町4丁目1番2号 大阪瓦斯株式会社内

㉑ 発 明 者 北 野 公 男 大阪府大阪市中央区平野町4丁目1番2号 大阪瓦斯株式会社内

㉒ 発 明 者 浜 田 健 吾 大阪府大阪市中央区平野町4丁目1番2号 大阪瓦斯株式会社内

㉓ 出 願 人 大阪瓦斯株式会社 大阪府大阪市中央区平野町4丁目1番2号

㉔ 出 願 人 日光化成株式会社 大阪府大阪市北区大淀北1丁目6番41号

㉕ 代 理 人 弁理士 畠田 充生

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

成形断熱材とその製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 炭素繊維フェルトが渦巻状に巻回積層され、前記炭素繊維フェルトが積層層間に存在する樹脂の炭化物で一体化され、炭素繊維フェルト層が波打つことなく円周方向に連続して積層されていることを特徴とする成形断熱材。
2. 炭素繊維フェルトの嵩密度が厚さ方向に変化していることを特徴とする請求項1記載の成形断熱材。
3. 炭素繊維又は高温処理により炭素繊維化可能な繊維の少なくとも一種を含むフェルトと、フィルム及び／又はネットのうち、少なくともいずれか一方が炭化可能な樹脂を保持すると共に、前記炭素繊維又は高温処理により炭素繊維化可能な繊維の少なくとも一種を含むフェルトと、前記フィルム及び／又はネットとを、前記フィルム及びネットに張力を作用

させた状態で筒状の巻取体に巻き取って積層体を形成し、前記積層体中の前記樹脂を硬化させた後、前記積層体を不活性雰囲気中または真空中で炭化することを特徴とする成形断熱材の製造方法。

4. 巻取体と対向して配設された加圧ロールにより、炭素繊維又は高温処理により炭素繊維化可能な繊維の少なくとも一種を含むフェルトと、フィルム及び／又はネットを加圧しつつ巻き取ることを特徴とする請求項3記載の成形断熱材の製造方法。

5. フィルム及び／又はネットに作用させる張力を、巻き取り初めと巻き取り終りの間で変化させることにより、得られる成形断熱材の厚さ方向の嵩密度を変えることを特徴とする請求項3または4記載の成形断熱材の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、成形断熱材とその製造方法に関し、

より詳細には、各種製品の高温熱処理時の断熱材として好適な成形断熱材とその製造方法に関する。
〔従来の技術〕

近年、半導体、機能性セラミックスなどの需要が増大するにつれて、真空炉、半導体単結晶成長炉、セラミックス焼結炉、C/Cコンポジット焼成炉などによる高温熱処理が実施されるようになってきた。このような高温熱処理においては、耐熱性および断熱性に優れ、高温で物性劣化を生じない断熱材が必要とされることから、炭素繊維を出発原料とする断熱材、特に、支持体を配置することなく炉内に直接装着するための必要な自立性を有し、炉内への装着が容易な成形断熱材に対する需要が高まっている。またコストダウン、寸法精度の向上を図るため、上記成形断熱材の成形方法の改善も強く要望されている。

上記成形断熱材の基材となるフェルト状の炭素繊維材（以下に炭素繊維フェルトという）は、嵩密度が小さいため、断熱材として必要な所望の大きな嵩密度となるまで圧縮成形することが必要であ

材を製造することができるものの、圧縮力が成形物全体に亘り均一に作用せず、成形物の表層部と内層部とで圧力分布が生じ、嵩密度分布が不均一となるだけでなく、嵩密度の分布状態を制御し、優れた断熱性を有する成形断熱材を製造することは困難である。また含浸フェルトの強度が小さいため、積層された含浸フェルトの外側を薄肉金属板で包んだ後、金属バンドで締め付ける方法では、成形断熱材の表面及び内部のフェルト層に多数の波打ちが生じ、平滑性、均一性及び外観のきれいな成形体を得ることが難しい。さらに、作業工程が多く生産性が低いという問題もある。

また実公昭58-29129号公報は、成形した炭素繊維フェルトの表面又は中間に黒鉛シートを貼った断熱材を開示している。この断熱材は高温真空溶解炉用断熱材として使用したとき、熔融金属が断熱材の内部に飛込んで断熱材を損失することを防止できるとされている。しかし、嵩密度は従来の断熱材と同等であるし、嵩密度は均一である。さらに、黒鉛シートは高価であるという問題点があ

る。

上記の点に鑑み、炭素繊維フェルトに炭化可能な樹脂を含浸させ、含浸フェルトを積層圧縮しつつ所望の厚さと嵩密度をもつ成形物とし、次いで成形物を焼成する成形断熱材の製造方法が提案されている（特公昭50-35930号公報参照）。またこの先行技術には、炭化可能な樹脂を含浸した含浸フェルトをマンドレルに巻き付け、外側を薄肉の金属板で更に包んだ後、金属バンドで締め付けて炭素繊維フェルトを圧縮した状態で含浸樹脂を硬化及び炭化させることにより、所望の嵩密度を有する成形断熱材を製造する方法が開示されている。

また炭素繊維フェルトと嵩密度の黒鉛シートとを炭素質の結合剤を介して接着させた真空炉用多層成形断熱材も提案されている（実公昭58-29129号公報参照）。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかしながら、特公昭50-35930号公報に開示された製造方法によれば、圧縮率を制御することにより嵩密度を調整でき、断熱性に優れた成形断熱

る。

本発明の目的は、高い嵩密度を有し、断熱性に優れると共に平滑性に優れた成形断熱材を提供することにある。

本発明の他の目的は、半径方向に嵩密度が変化し、断熱性に優れた成形断熱材を提供することにある。

また本発明のさらに他の目的は、上記の如き優れた物性を備えた成形断熱材を、複雑な工程を経ることなく生産性よく製造できる成形断熱材の製造方法を提供することにある。

〔発明の構成〕

本発明は、炭素繊維フェルトが渦巻状に巻回積層され、前記炭素繊維フェルトが積層層間に存在する樹脂の炭化物で一体化され、炭素繊維フェルト層が波打つことなく円周方向に連続して積層されている成形断熱材を提供する。

本発明の成形断熱材によれば、炭素繊維フェルトが樹脂の炭化層を介して渦巻状に巻回積層されているので、金属バンドなどの締め付けなどによ

る凹凸部がなく、均一性に優れていると共に、所定の嵩密度を有する炭素繊維フェルト間に存在する樹脂の炭化層により、炭素繊維積層部が一体化している。

さらに、本発明では、成形断熱材の製造方法であって、炭素繊維又は高温処理により炭素繊維化可能な繊維の少なくとも一種を含むフェルトと、フィルム及び／又はネットのうち、少なくともいづれか一方が炭化可能な樹脂を保持すると共に、前記炭素繊維又は高温処理により炭素繊維化可能な繊維の少なくとも一種を含むフェルトと、前記フィルム及び／又はネットとを、前記フィルム及びネットに張力を作用させた状態で筒状の巻取体に巻き取って積層体を形成し、前記積層体中の前記樹脂を炭化させた後、前記積層体を不活性雰囲気中または真空中で炭化する成形断熱材の製造方法を提供する。

高温処理により炭素繊維化可能な繊維としては、フェノール樹脂繊維；耐炭化処理されたレーヨン繊維、ポリアクリロニトリル繊維、フェノール樹

なお、巻取体と対向して配設された加圧ロールにより、炭素繊維等のフェルトと、フィルム及び／又はネットとを加圧して巻き取ると、上記フィルム及び／又はネットに作用する張力と相まって、炭素繊維等のフェルトと、フィルム及び／又はネットとをより均一に圧縮した状態で巻き取ることができ、より均一な所望の嵩密度を有する成形断熱材が得られる。

また炭化させる樹脂は、炭素繊維等のフェルトに予め含浸させておいてもよいし、フィルム及び／又はネットに予め塗布しておいてもよいし、巻取時に直接付与してもよい。また巻取体に炭素繊維等のフェルトを巻き取るに際し、フィルム及び／又はネットにかかる引張力を強くすると嵩密度の高い成形断熱材が、引張力を弱くすると嵩密度の低い成形断熱材が得られる。

なお、本明細書における用語の定義は次の通りである。

「炭化」とは、ピッチ；ポリアクリロニトリル、フェノール樹脂、レーヨン等の高分子類などの炭

素繊維；不炭化処理されたピッチ繊維等が使用できる。以下、表現を簡単にするため、本明細書では、「炭素繊維または高温処理により炭素繊維化可能な繊維の少なくとも一種を含むフェルト」を単に「炭素繊維等のフェルト」と略記する。

上記本発明の成形断熱材の製造方法によれば、炭素繊維等のフェルトとフィルム及び／又はネットとが樹脂を介して接着すると共に、巻取体の形状に対応した均一な筒状積層体を得ることができる。その際、上記フィルム及び／又はネットに張力を作用させた状態で、上記炭素繊維等のフェルトを巻き取るので、炭素繊維等のフェルトが巻き取り時に破断することは殆どない。またフィルム及び／又はネットに作用する張力の分力である求心方向の力は、前記炭素繊維等のフェルトを巻取体に押し付けて所望の厚さに圧縮する。上記張力を制御下に変化させることにより所望の圧縮率ひいては所望の嵩密度分布を有する筒状の積層体を得られる。次いで、上記筒状積層体を炭化させることにより、所望の成形断熱材が得られる。

炭含有物質を高温焼成処理することを言う。

「炭化層」とは、炭化によって上記炭素含有物質から得られるものを言う。炭化層は、その外側と、その内側にある炭素繊維を接合している層であればよい。その層は、連続した平板又はシート状である必要はなく、島状に散在して存在するものであってもよい。

本発明で得られる成形断熱材においては、積層層間に存在するフィルム及び／又はネット並びに樹脂の炭化物量が、炭素繊維フェルト中における樹脂の炭化物量以上であるという特徴がある。

なお、炭素繊維業界では、炭素繊維を約2000℃程度に加熱処理した場合、加熱処理後の物質の結晶構造が殆ど黒鉛化していないときでも、炭素繊維を黒鉛化処理したと称することがあるが、本明細書では、この場合も炭化の概念に含める。

通常の炭素繊維を約2000℃程度以上の温度で加熱処理した場合に得られる処理物をも本明細書では炭素繊維と言う。

以下に、必要に応じて図面を参照しつつ、本発

明をより詳細に説明する。

上記成形断熱材を構成する炭素繊維等のフェルトの基材としては、例えば、ポリアクリロニトリル、フェノール樹脂、レーヨン等の高分子繊維、ビッチ、液晶ビッチ等を出発原料とする種々の材料が使用できる。上記基材は、炭素質や黒鉛質であってもよく、高強度タイプ、高伸度タイプ、高弾性タイプ、汎用タイプ等種々のものが使用できる。また上記基材は、例えば、繊維径5~20 μ m程度の適宜の繊維径を有するものが使用できる。

成形断熱材の構成材料である上記炭素繊維等のフェルトの厚みは、特に限定されず、所望する成形断熱材の厚みなどに応じて、適宜のものが使用できるが、通常、厚み5~20mm程度のものが使用される。なお、上記炭素繊維フェルトの積層数は、装着される炉などの大きさ、所望する断熱性などに応じて適宜設定することができる。また巻回積層前の炭素繊維等のフェルトの高密度は、通常、0.08~0.08g/cm²程度であり、温度1500~2500℃程度で使用する断熱材は0.1~0.4g/cm²程度の

高密度が必要であるので、高密度を大きくしなければならない。

上記フィルムおよびネットとしては、炭素繊維等のフェルトの接着性を損わない材質のものであれば、下記のような高分子製のものが使用できる。例えば、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリカーボネート、ポリプロピレン、ポリスチレン、アクリル樹脂、ポリウレタン、ポリアミド、ポリイミド、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリフェニレンオキサイドなどを素材とするフィルム又はネット単体、二種以上の上記フィルム及びネットが積層された複合フィルム及び/又はネット等が例示される。また上記フィルムは、樹脂の保持効率を高めるため、浸透性を有するもの、例えばポーラスなものであってもよく、上記フィルムとしては、適宜の厚み、例えば厚み5~500 μ mを有するものが使用できる。なお、目の粗いネットを使用する場合には、樹脂を炭素繊維等のフェルトに含浸させておく必要があるものの、目の細い

ネットを使用するときは、上記フィルムの場合と同様、該ネットに樹脂を塗布し保持させていてもよい。

また上記含浸もしくは塗布用の樹脂としては、炭化可能で、炭素繊維等のフェルトとの接着性を損わないものであればいずれも使用でき、フェノール樹脂、尿素樹脂、エポキシ樹脂、ジアリルフタレート樹脂、ポリウレタン、不飽和ポリエステル、ポリスチレン、飽和ポリエステル、ポリ酢酸ビニル、ポリビニルアセタール、アクリル樹脂、ポリアミドなどの熱硬化性樹脂や熱可塑性樹脂が例示され、これらの一種または二種以上の混合物が使用される。これらの含浸用又は塗布用樹脂のうちでは、熱硬化性樹脂、特にフェノール樹脂が好ましい。

また前記炭素繊維フェルトは、樹脂の炭化層を介して積層、一体化されていればよく、樹脂の炭化層は、前記積層された複数の炭素繊維フェルト間の界面近傍だけでなく、炭素繊維フェルト全体に亘り分布していてもよい。樹脂の炭化層が炭素

繊維フェルト全体に亘り分布している成形断熱材にあつては、成形断熱材の一体性、形状保持性および機械的強度をより一層高めることができる。

上記成形断熱材の高密度は、断熱性および形状保持性を損わない範囲であれば特に限定されないが、通常、0.08~0.5g/cm²、好ましくは0.1~0.3g/cm²、より好ましくは0.1~0.2g/cm²程度の高密度を有しているものがよい。成形断熱材の高密度が0.08g/cm²未満である場合には、断熱性が十分でなく、一方0.5g/cm²を超える場合には、熱容量が大きくなり、断熱性能も悪くなる。また成形断熱材の厚さは、所望する断熱性などに応じて適宜定めればよいが、高温熱処理時の断熱効果を確保するには、通常、20~200mm程度とする。また成形断熱材の形状は、巻回積層された渦巻状であればよく、断面が中空楕円状など適宜の形状であってもよいが、炉への装着作業を容易にするため、断面が中空円筒状であるのが好ましい。

また成形断熱材の高密度は、全体に亘り均一であってもよく、或いは筒状成形断熱材の高密度が、

例えば内側から外側に向って連続的にまたは段階的に小さくなっていてもよい。成形断熱材の高密度と断熱性との関係は、一般に、高温では、成形断熱材の高密度が大きくなるにつれて断熱性が大きくなる傾向を示す。例えば、高密度の異なる本発明成形断熱材について窒素雰囲気下で測定した熱伝導度と温度との関係を示す第1図から明らかなように、成形断熱材の高密度 ρ が 0.1 g/cm^3 から 0.2 g/cm^3 へと大きくなるにつれて、熱伝導度、特に高温領域での熱伝導度が小さくなる。従って、成形断熱材の高密度を厚さ方向に連続的または段階的に変えた場合は、全体としての断熱性がよくなる。なお、上記成形断熱材における高密度とその分布状態は、熱処理温度および所要される断熱性に応じて上記範囲内で適宜選択することができる。

なお、本発明の成形断熱材のうち好ましい形態は、次の通りである。

炭素繊維フェルトが渦巻状に巻回積層された成形断熱材であって、上記炭素繊維フェルトが、フィルム及び/又はネット、好ましくはポリエステ

ル一方に保持されていればよい。炭素繊維等のフェルトとしては、炭素繊維等のフェルトの表層部および/または裏層部に樹脂を塗布し、含浸させた状態の樹脂を保持させた炭素繊維等のフェルト、炭素繊維等のフェルト全体に亘り樹脂を含浸、保持させた炭素繊維等のフェルトなどが使用できる。また上記フィルムとしては、フィルムの表裏面のうち少なくともいずれか一方の面に樹脂を塗布して樹脂を保持させたフィルムが使用できる。またネットには樹脂を塗布してもよい。なお、巻取作業を効率的に行なうと共に、炭素繊維等のフェルトの種類に応じて積層体の高密度を調整するため、樹脂を表裏面に含浸させた炭素繊維等のフェルト及び/又は樹脂を表裏面に塗布したフィルム及び/又はネットを用いるのが好ましい。

なお、炭素繊維等のフェルト、フィルム、ネットおよび樹脂としては、前記のものが使用されるが、樹脂は好ましくは溶液状で使用される。樹脂溶液を調製する際、樹脂の種類などに応じて適宜の溶媒、例えば、メタノール、エタノール、イソ

ルフィルム及び/又はネットの炭化層、および熱硬化性樹脂、好ましくは熱硬化性フェノール樹脂の炭化層を介して積層されているとともに、高密度 $0.08 \sim 0.5 \text{ g/cm}^3$ の範囲内にあり、かつ内側部の高密度が外側部よりも大きい成形断熱材。

以下に、本発明の成形断熱材の製造方法について詳細に説明する。

本発明の成形断熱材の製造方法は、上記炭素繊維等のフェルトと、フィルム及び/又はネットとを、筒状の巻取体に巻き取り積層体を形成する巻取工程と、該積層体中の前記樹脂を硬化させ、該筒状積層体のフィルム及び/又はネット並びに樹脂を炭化させる炭化工程とを含んでいる。

上記巻取工程においては、炭素繊維等のフェルトとフィルム及び/又はネットとを接着させるため、炭素繊維等のフェルトと、フィルム及び/又はネットのうち、少なくとも一方が炭化可能な樹脂を保持するものを使用する。上記樹脂は、積層状態において当接する炭素繊維等のフェルトとフィルム及び/又はネットのうち少なくともいずれ

プロパノールなどのアルコール類；ヘキサン、オクタンなどの脂肪族炭化水素類；シクロヘキサンなどの脂環族炭化水素類；ベンゼン、トルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素類；アセトン、メチルエチルケトン、ジオキサンなどのケトン類；ジメチルエーテル、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、エチレングリコールジメチルエーテルなどのエーテル類；酢酸エチルなどのエステル類など種々の溶媒が使用できる。樹脂溶液は、含浸性、塗布性などを損わない範囲で適宜の粘度を有していればよく、通常、樹脂濃度 $10 \sim 80$ 重量%程度のものが使用される。

また炭素繊維等のフェルトに対する樹脂の含浸量ならびにフィルム及びネットに対する樹脂の塗布量は、特に限定されない。炭素繊維等のフェルトに対する樹脂の含浸量は、炭素繊維等のフェルト100重量部に対して樹脂溶液として $20 \sim 180$ 重量部程度であるのが好ましい。樹脂溶液の含浸量が20重量部未満であると、炭素繊維等のフェルトの接着性が十分でなく、180重量部を越えると、

成形断熱材の弾力性が失われる。またフィルムやネットに対する液状樹脂の塗布量は、通常、50～800 g/m²程度である。なお、炭素繊維等のフェルトとフィルム及び／又はネットに保持された樹脂溶液は、巻き取り前に溶媒を除去し乾燥させてもよい。

そして、上記巻取工程においては、炭素繊維等のフェルトには引張力を作用させることなく、炭素繊維等のフェルトを圧縮し、所望の高密度や高密度分布を有する積層体を形成するためには、フィルム及び／又はネットに張力を作用させた状態で、上記炭素繊維等のフェルトをはさんだ状態で、フィルム及び／又はネットを巻き取る。このようにして炭素繊維等のフェルトとフィルム及び／又はネットとを巻き取ると、フィルム及び／又はネットに作用する張力の分力が前記炭素繊維等のフェルトに対して垂直方向に作用するので、炭素繊維等のフェルトを圧縮させた状態で巻き取ることができる。その際、フィルム及び／又はネットに作用させる張力を一定に保つと、均一な高密度を

有する積層体を得られる。また張力を連続的にまたは段階的に制御しつつ変化させることにより、張力変化に対応して圧縮率ひいては高密度が厚さ方向に連続的または段階的に変化した積層体を得られる。すなわち、例えば、フィルム及び／又はネットに作用させる張力を巻取初期には大きくし、その後小さくすることにより、内側部の高密度が大きく外側部の高密度が小さな積層体を得られる。換言すれば、フィルム及び／又はネットに作用させる張力を制御することにより、積層体の高密度分布を自由に調整することができる。しかも、従来の技術とは異なり、一回の巻取操作により均一性に優れた積層体を形成することができる。さらには、巻取体として円筒状のもの、例えばマンドレルなどを使用すると、断面真円状の積層体を得ることができる。従って、巻取操作時に張力を制御するという簡単な操作で、均一性に優れ、所望の高密度或いは高密度分布を有する積層体を効率よく得ることができる。

なお、フィルム及び／又はネットに作用させる

張力や巻取速度は、所望する高密度或いはその分布分布、フィルムやネットの強度、所望する積層体の生産効率などに応じて適宜設定することができる。

上記巻取工程は、フィルム及び／又はネットに張力を作用させた状態で行なえばよいが、巻取体と対向して配設された加圧ロールにより、炭素繊維等のフェルトとフィルム及び／又はネットとを加圧して巻き取るのが好ましい。この加圧ロールの使用により、巻取時にフィルム及び／又はネットと炭素繊維等のフェルトとを均一に加圧し圧縮することができるため、前記樹脂により炭素繊維等のフェルトをより一層確実に接着させ、均一性に優れた積層体を得られるだけでなく、フィルム及び／又はネットに作用する張力と相まって、各炭素繊維等のフェルトの高密度をより一層精度よく制御することができ、所望の高密度又はその分布を有する積層体を得ることができる。

より詳細には、フィルム及び／又はネットと共に樹脂を含浸した炭素繊維等のフェルトを巻き取

る場合、加圧ロールによりフェルトを均一にしかも所望の圧力で加圧、圧縮できるので、炭素繊維等のフェルトに含浸された樹脂により、フェルトとフィルム及び／又はネットとを確実に接着させることができ、より一層均一性に優れた積層体を得られる。

上記加圧ロールによる圧力は、所望する積層体の均一性に応じて適宜設定することができるが、通常、5～50 kg/cm²程度である。

また炭素繊維等のフェルトに前記樹脂を含浸させることなく、表裏面に樹脂を保持するフィルム及び／又はネットを用い、複数の炭素繊維等のフェルトのうち各フェルト間にまたは適宜枚数のフェルト間にフィルム及び／又はネットを挟んだ状態で、上記と同様にして巻き取ることにより、所望の高密度を有する積層体を形成することもできる。より具体的には、例えば、樹脂を含浸していない2枚の炭素繊維等のフェルト間に、樹脂を保持するフィルム及び／又はネットを挟んだ状態で巻き取る場合、ディッピングなどの塗布手段によ

り前記フィルム及び／又はネットに樹脂を保持させるだけで、フィルム及び／又はネットに保持された樹脂により炭素繊維等のフェルトとフィルム及び／又はネットとを確実に接着させることができる。この場合には、炭素繊維等のフェルトに樹脂を含浸させる必要がないので、製造工程を簡素化できる。しかもフィルム及び／又はネットに保持された樹脂量が少なくて済むため、炭化工程で炭化した樹脂から発生する粉の量を著しく少なくすることができる。

以下に、添付図面を参照しつつ、上記巻取状態をより具体的に説明する。

第2図は、巻取装置および巻き取り状態の概要を示す概略図であり、この例ではフィルムが使用されている。巻取装置は、炭素繊維等のフェルト(1)を収容する収容部(図示せず)と、フィルム(2)が巻回され、かつフリクションなどによりフィルム(2)に作用する強力を制御する張力制御部(図示せず)を備えたフィルム供給装置(3)とを有している。

部から供給される炭素繊維等のフェルト(1)の破断を防止しながらこれを円滑に案内するために、前記送りロールと前記巻取体(4)との間には、炭素繊維等のフェルト(1)を案内する複数のローラからなるガイド部材を配設してもよい。或いはディッピング、ローラーコーティングなどの塗布手段により上記フィルム(2)に樹脂溶液を塗布し、炭素繊維等のフェルト(1)と共に巻き取ってもよい。

樹脂が塗布されたフィルムまたは樹脂が塗布されていないフィルムと、樹脂を含浸した炭素繊維等のフェルトを用いる場合は、第3図に示すように、複数の炭素繊維等のフェルト(1a)(1b)間に樹脂が塗布されたフィルム(2)を挟んだ状態で、加圧ロール(5)で加圧しながら巻取体(4)に巻き取ってもよい。

また樹脂溶液を含浸した炭素繊維等のフェルト及び樹脂溶液を塗布したフィルム及び／又はネットを乾燥させる乾燥器を炭素繊維等のフェルトの搬送路近傍及びフィルム及び／又はネットの搬送路近傍に設けてもよい。

巻取装置のフィルム供給装置(3)と対向する端部には、モータなどの駆動源により回転可能な巻取体(4)と、この巻取体(4)の上方に所定間隔隔てて設けられた回転可能な加圧ロール(5)とで構成された巻取装置(6)が設けられている。なお、この例では、樹脂溶液を含浸させ、乾燥させた炭素繊維フェルトが用いられている。

上記構造の巻取装置により、筒状の積層体を得るには、予め炭素繊維等のフェルト(1)とフィルム(2)とを巻取体(4)に止定した後、張力制御部によりフィルム(2)に所定の張力を作用させながら、炭素繊維等のフェルト(1)を供給し、炭素繊維等のフェルト(1)およびフィルム(2)を加圧ロール(5)で加圧しつつ、巻取体(4)に巻き取ればよい。

なお、上記巻取装置において、炭素繊維等のフェルト(1)に樹脂溶液を含浸させるため、樹脂溶液を収容する容器(図示せず)を設けておいてもよく、炭素繊維等のフェルト(1)から余剰の樹脂溶液を絞る一対の絞りロール(図示せず)を前記収容部と巻取体(4)との間に配設すると共に、前記収容

上記巻取工程を終えた積層体は、硬化後、常法による炭化工程に供され、炭化可能なフィルム及び／又はネット並びに樹脂を炭化させる。

炭化工程では、フィルム及び／又はネット並びに樹脂が炭化した炭化層を介して前記炭素繊維等のフェルトの積層部が一体化すると共に、均一性に優れ、所定の高密度とその分布を有する成形断熱材が得られる。

炭化工程は、窒素などの不活性雰囲気中または真空中で適宜の温度、例えば1500～3000℃で行なう。

なお、前記巻取工程においては、樹脂溶液を含浸した炭素繊維等のフェルトや樹脂溶液が塗布されたフィルム及び／又はネットを未乾燥状態で用いてもよく、或いは上記樹脂溶液を乾燥させた炭素繊維等のフェルトやフィルム及び／又はネットを用いてもよい。また巻取工程においては、当初から前記巻取体とフィルム及び／又はネットとの間に炭素繊維等のフェルトを介在させた状態で炭素繊維等のフェルトとフィルム及び／又はネット

とを巻き取ってもよく、或いは巻取工程の当初においては、フィルム及び／又はネットのみを巻取体に適宜回数巻き取った後、上記のようにして炭素繊維等のフェルトとフィルム及び／又はネットとを巻き取ってもよい。

また上記巻取体として縦断面形状の異なるものを用いることにより、巻取体の断面形状に対応した任意の形状の積層体を形成することができる。図示の如く、断面円状の巻取体に炭素繊維等のフェルトおよびフィルム及び／又はネットを巻き取る場合には、断面が真円筒状の積層体を得ることができる。

巻取工程の最終段階では、前記積層体の外面に位置する炭素繊維等のフェルト上に、フィルム及び／又はネットだけを適宜回数巻回してもよい。その際、炭素繊維等のフェルトと当接するフィルム及び／又はネットの内面に樹脂が付与されたフィルム及び／又はネットを巻回したり、フィルム及び／又はネットの端部を接着固定することにより、積層体のばらけを防止することができる。ま

させる断熱材の製造方法であって、前記フィルム及び／又はネットに張力を制御しつつ、好ましくは巻き取り初期の張力を大きくして張力を作用させると共に、加圧ロールで加圧しながら、上記炭素繊維等のフェルトを介してフィルム及び／又はネットを巻き取る成形断熱材の製造方法。

従来の方法、すなわち、炭素繊維フェルトを作製した後、樹脂を含浸し、巻取体に巻き付けて渦巻状の積層体を作製し、その外周を金属バンドで固定した後、硬化し、炭化する方法で作製した成形断熱材の断面形状は、第6図に示すようになる。すなわち、巻き取り時に、強度の弱い炭素繊維フェルトに張力をあまりかけられないので、嵩密度を大きくするために、巻取後、外側から金属バンドで縛付けると、炭素繊維フェルト層(31a)(31b)に多数の波打ちが発生する。この波打ちは炭化後の製品にも残る。

これに対し、本発明の方法で作製した成形断熱材は、フィルム及び／又はネットに張力をかけて炭素繊維等のフェルトを圧縮しながら巻き取って

た巻取体として、例えば炭化可能なプラスチックなどの材料でできた巻取体を用い、上記積層体を取外すことなく、そのまま炭化工程に供し、最後にプラスチック炭化物を除去してもよい。また巻取体から筒状積層体を取外すには、筒状積層体を巻取体から抜き出してもよく、或いは筒状積層体を長手方向に切断し、上記フィルム及び／又はネットで適宜回数巻回してもよい。なお、長手方向に切断した場合には、巻取工程の後、必要に応じて金属バンドなどで前記積層体を止定してもよい。

なお、本発明の成形断熱材の製造方法のうち好ましい態様は、次の通りである。

炭素繊維等のフェルトと、フィルム及び／又はネット、好ましくはポリエステルフィルム及び／又はネットのうち少なくともいずれか一方が炭化可能な熱硬化性樹脂、好ましくは熱硬化性フェノール樹脂を保持すると共に、上記炭素繊維等のフェルトとフィルム及び／又はネットとを円筒状の巻取体に巻き取り積層体を形成し、該積層体の上記フィルム及び／又はネット並びに樹脂とを炭化

いるため、第5図に示されるように、得られた成形断熱材の炭素繊維フェルト層(21a)(21b)間に波打ちがなく、外観がきれいで、かつ嵩密度が周方向に均一であり、断熱性能が優れている。

本発明の成形断熱材は、上記のように、均一性、寸法精度、装着時の作業性、断熱性などに優れているため、セラミックスの焼結、特殊炭素材の焼成などに際しての断熱材として極めて有用である。

第4図は、本発明による円筒状成形断熱材を真空炉に適用した場合の一例を示す断面斜視図である。この真空炉(10)は、高温熱処理される焼結原料(11)などを収容する中空部(12)と、この中空部(12)を包囲し、収容された原料を加熱する筒状加熱部(13)と、該加熱部(13)を断熱保温する筒状の成形断熱材(14)と、円周方向に所定間隔毎に設けられたスペーサ(15)を介して取付けられたステンレススチール製の冷却用ジャケット(16)とで構成されている。なお、上記加熱部(13)は、高温加熱を容易にするため、黒鉛チューブ(13a)とこの黒鉛チューブ(13a)内に内蔵された黒鉛製の電気ヒ

ータ(13b)とで形成されている。またこの例では、上記筒状の成形断熱材(14)は、厚み50~100mm程度、径300~1500mm程度に形成されている。

上記の真空炉(10)は、通常、2000℃以上の温度、真空度 10^{-1} torr程度で使用されるが、上記加熱部(13)の周囲には、筒状成形断熱材(14)が設けられているため、断熱性に優れており、上記冷却用ジャケット(18)に供給する水などの冷媒の供給量も少なく済む。

なお、上記成形断熱材は、筒状の形態でそのまま被装着物に装着する必要はなく、被装着物の形状に応じて適宜切断して使用してもよく、被装着物がパイプなどの長尺物である場合、長手方向に切断して被装着物に装着してもよい。

【実施例】

以下に、実施例に基づいて、本発明をより詳細に説明する。

実施例1

高密度 0.05 g/cm^3 、目付 500 g/m^2 、繊維径 $13\text{ }\mu\text{m}$ 、厚み 10 mm 、幅 300 mm の炭素繊維フェルトに、

間炭化処理した後、さらに2000℃の温度で1時間加熱処理することにより、成形断熱材を作製した。得られた成形断熱材の高密度を測定したところ、約 0.15 g/cm^3 であった。また成形断熱材の熱伝導度を2000℃の温度で測定したところ $1.1\text{ K}\cdot\text{cm/m}\cdot\text{h}\cdot\text{℃}$ であった。また成形断熱材の表面の凹凸の程度を目視により評価したところ、殆ど凹凸部がなく、均一性に優れていた。さらに、スパイラルを形成する積層層間も凹凸や波打ちがなく、きれいな形状をしていた。

実施例2

フィルムに張力を作用させ、積層体の厚みが約25mmになるまで炭素繊維フェルトとフィルムとを巻き取り、その後、フィルムに作用させる張力を小さくした状態で、積層体の厚みが約50mmになるまで炭素繊維フェルトとフィルムとを巻き取る以外は、上記実施例1と同様にして成形断熱材を作製した。

得られた成形断熱材を内側部と外側部とに分割して、実施例1と同様にして高密度を測定したと

ころ、内側部の高密度が約 0.2 g/cm^3 、外側部の高密度が約 0.1 g/cm^3 であり、高密度が不連続的に分布していた。また成形断熱材の表面には殆ど凹凸部がなく、均一性に優れていることが判明した。

また膜厚40 μm 、幅400mmのポリエステルフィルム(東レ製、商品名ルミラー)を径800mmのマンドレルに予め接着すると共に、加圧ローラで15 kg/cm^2 の圧力を印加しながら、このフィルムとマンドレルとの間に、樹脂が含まれた上記炭素繊維フェルトを挟み込んだ。

次いで、フィルム供給装置によりフリクションを掛け、フィルムに張力を作用させながら、マンドレルを回転させ、厚み約50mmの積層体を得るまで、炭素繊維フェルトとフィルムとを巻き取り、上記フィルムのみをさらに積層体の外面に2周巻き付け、フィルムの端部を積層体に接着固定した。

得られた積層体の樹脂を180℃の温度で3時間硬化させ、不活性雰囲気下、800℃の温度で1時

ころ、内側部の高密度が約 0.2 g/cm^3 、外側部の高密度が約 0.1 g/cm^3 であり、高密度が不連続的に分布していた。また成形断熱材の表面には殆ど凹凸部がなく、均一性に優れていることが判明した。

実施例3

加圧ローラで圧力を印加しないこと、およびフィルムに作用させる張力を増加したこと以外は、上記実施例1と同様にして成形断熱材を作製した。

得られた成形断熱材の高密度を実施例1と同様にして測定したところ、約 0.15 g/cm^3 であり、成形断熱材の表面には殆ど凹凸部がなく、均一性に優れていることが判明した。

実施例4

樹脂を含浸していない実施例1の炭素繊維フェルトと、樹脂溶液の塗布量 150 g/m^2 のフィルムを用いる以外は、上記実施例1と同様にして成形断熱材を作製した。得られた成形断熱材の高密度を実施例1と同様にして測定したところ、約 0.1 g/cm^3 であり、成形断熱材は、凹凸部がなく均一

性に優れていることが判明した。

なお、上記実施例で得られた成形断熱材の曲げ強度および収縮率を測定したところ、いずれも曲げ強度0.3～0.38MPa、縦方向の収縮率約0.5%、横方向の収縮率約0.5%であり、炭素繊維フェルト間にフィルムの炭化層が介在していても、曲げ強度、収縮率に有意差がないことが判明した。

〔発明の効果〕

以上のように、本発明の成形断熱材は、炭素繊維フェルトが渦巻状に巻回積層され、前記炭素繊維フェルトが積層層間に存在する樹脂の炭化物で一体化され、炭素繊維フェルト層が波打つことなく円周方向に連続して積層されているので、高い高密度を有し、断熱性に優れると共に平滑性に優れている。

また半径方向に高密度が変化した成形断熱材は、断熱性がさらに優れている。

また本発明の成形断熱材の製造方法によれば、炭素繊維等のフェルトと、フィルム及び／又はネットのうち、少なくともいずれか一方が炭化可能

な樹脂を保持すると共に、前記炭素繊維等のフェルトと、前記フィルム及び／又はネットとを、前記フィルム及びネットに張力を作させた状態で筒状の巻取体に巻き取って積層体を形成し、前記積層体中の前記樹脂を硬化させた後、前記積層体を不活性雰囲気中または真空中で炭化するので、上記の如き優れた物性を備えた成形断熱材を、複雑な工程を経ることなく生産性よく製造できる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は高密度の異なる成形断熱材の熱伝導度と温度との関係を示す図、

第2図は巻取装置および巻き取り状態の概要を示す概略図、

第3図は他の巻き取り状態を示す概略図、

第4図は、円筒状成形断熱材を真空炉に適用した場合の一例を示す断面斜視図、

第5図は本発明の方法により得られた成形断熱材の一例を示す断面図、

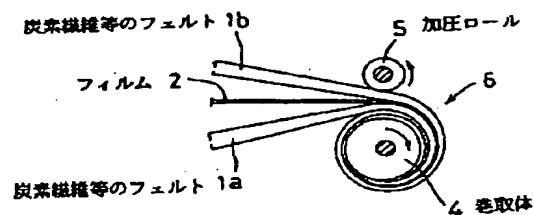
第6図は従来の方法により得られた成形断熱材を示す断面図である。

- (1) (1a) (1b) … 炭素繊維等のフェルト、
 (2) … フィルム、(4) … 巻取体、(5) … 加圧ロール
 (14) … 成形断熱材、
 (21a) (21b) … 炭素繊維フェルト層

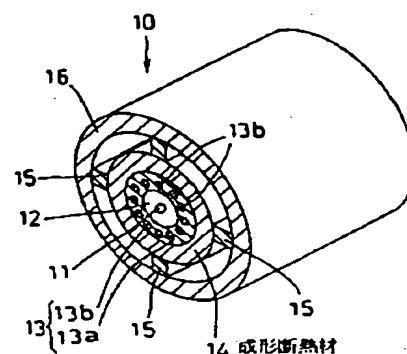
特許出願人 大阪瓦斯株式会社
 (ほか1名)

代理人 弁理士 坂田 充生

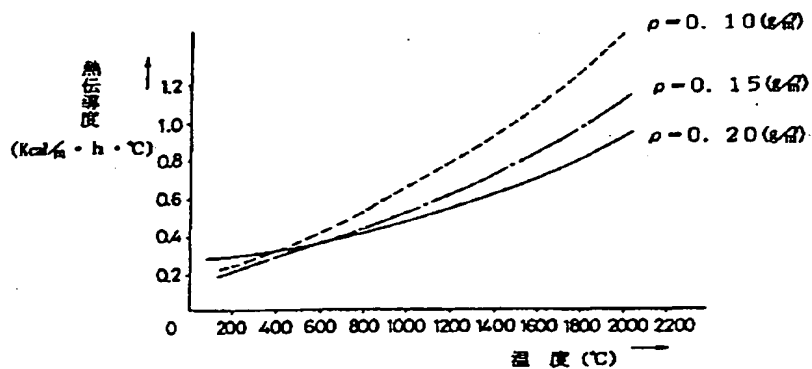
第 3 図



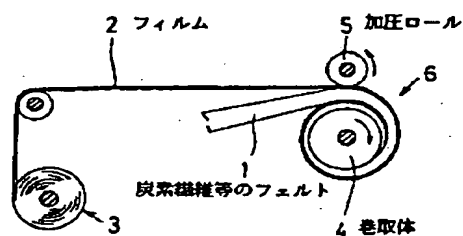
第 4 図



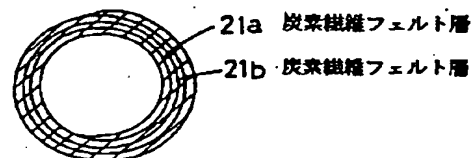
第 1 図



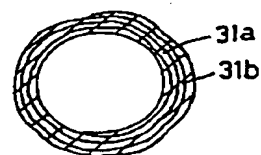
第 2 図



第 5 図



第 6 図



第 1 頁の続き

⑤Int. Cl. 5

B 32 B 9/00

識別記号

庁内整理番号

7310-4F

⑦発明者 山本 幸一

大阪府大阪市中央区平野町4丁目1番2号 大阪瓦斯株式会社内

⑦発明者 吉川 隆彦

大阪府大阪市北区大淀北1丁目6番41号 日光化成株式会社内